

## 正交试验优选续断的水提工艺

朱海琳<sup>1</sup>,程宁波<sup>2</sup>,孟兆青<sup>2,3</sup>,丁岗<sup>1,2</sup>,王振中<sup>1,2</sup>,萧伟<sup>1,2\*</sup>

(1. 南京中医药大学,南京 210046; 2. 江苏康缘药业股份有限公司,江苏连云港 222001;  
3. 中国药科大学,南京 210009)

[摘要] 目的:优选续断的水回流提取工艺。方法:以川续断皂苷 VI 转移率为评价指标,采用  $L_9(3^4)$  正交试验考察液料比、提取时间、提取次数对续断提取工艺的影响。利用 HPLC 测定川续断皂苷 VI 含量,流动相乙腈-水(30:70),检测波长 212 nm。结果:最佳提取工艺为加 15,10 倍量提取 2 次,每次 2 h;平均转移率(94.83 ± 0.31)%。结论:该工艺简单、稳定、提取率高,适用于工业化大生产。

[关键词] 续断;提取工艺;正交试验;川续断皂苷 VI

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2014)17-0031-03

[doi] 10.13422/j.cnki.syfx.2014170031

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20140715.1324.004.html>

[网络出版时间] 2014-07-15 13:24

## Optimization of Water Extraction Technology of Dipsaci Radix by Orthogonal Design

ZHU Hai-lin<sup>1</sup>, CHEN Ning-bo<sup>2</sup>, MENG Zhao-qing<sup>2,3</sup>, DING Gang<sup>1,2</sup>, WANG Zhen-zhong<sup>1,2</sup>, XIAO Wei<sup>1,2\*</sup>

(1. Nanjing University of Chinese Medicine, Nanjing 210046, China;  
2. Jiangsu Kanion Pharmaceutical Co. Ltd, Lianyungang 222001, China;  
3. China Pharmaceutical University, Nanjing 210009, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize water-extraction process of asperosaponin VI from Dipsaci Radix. **Method:** With transfer rate of asperosaponin VI as index, orthogonal design was used to optimize extraction process by taking liquid-solid ratio, extracting time and times as factors. The content of asperosaponin VI was determined by HPLC, mobile phase was acetonitrile-water (30:70) and detection wavelength set at 212 nm. **Result:** Optimum process conditions were as follows: extracted twice with 15, 10 times the amount of water, 2 h for per time. Under these conditions, transfer rate of asperosaponin VI was (94.83 ± 0.309)% . **Conclusion:** This optimized process was simple, stable and productive, which was suitable for industrial production of Dipsaci Radix.

[Key words] Dipsaci Radix; water extraction process; orthogonal test; asperosaponin VI

现代药理研究发现续断中主要活性成分为皂苷,其中川续断皂苷 VI 含量最高,具有促进骨损伤愈合、治疗腰椎骨质增生、骨质疏松等作用<sup>[1-2]</sup>。2010 年版《中国药典》以川续断皂苷 VI 含量为指标

控制续断药材质量。目前续断常采用乙醇提取<sup>[3-4]</sup>,前期研究发现川续断皂苷 VI 在热水中溶解度较高,为降低生产成本,本实验采用水回流法提取川续断皂苷 VI,通过正交试验优选工艺条件,为该

[收稿日期] 20131227(004)

[基金项目] 国家“重大新药创制”科技重大专项(2013ZX09402203)

[第一作者] 朱海琳,在读硕士,从事中药学研究,Tel:15195996801,E-mail:15195996801@163.com

[通讯作者] \* 萧伟,研究员级高级工程师,博士,从事中药新药的研究与开发,Tel:0518-81152337,E-mail:wzhzh-nj@163.net

单体的工业化生产提供参考。

### 1 材料

AL204型电子分析天平[梅特勒-托利多(上海)仪器有限公司],5 L型调温电热器(通州市申通电热器厂),1100系列高效液相色谱仪(美国安捷伦科技有限公司),Elix 5型纯水仪(美国 Millipore 公司)。续断饮片(批号 20131001)购自安徽惠隆中药饮片有限公司,经江苏康缘药业股份有限公司王振中研究员鉴定为川续断科植物川续断 *Dipsacus asper* Wall. ex Henry 的干燥根;川续断皂苷 VI 对照品(批号 111685-201003,中国食品药品检定研究院),乙腈为色谱纯,水为自制纯水,其他试剂均为分析纯。

### 2 方法与结果

#### 2.1 川续断皂苷 VI 的含量测定

**2.1.1 供试品溶液制备** 取续断饮片 50 g,加适量水浸泡 1 h,按一定工艺条件进行提取,滤过,合并提取液,量取滤液 3 mL 置于 25 mL 量瓶中,加水定容至刻度,摇匀,即得。

**2.1.2 标准曲线建立** 精密称取川续断皂苷 VI 对照品 5 mg,置 25 mL 量瓶中,用甲醇定容至刻度,摇匀,得对照品母液。精密量取该母液 1, 2, 3, 4, 5 mL,分别置于 5 mL 量瓶中,用甲醇定容至刻度,摇匀,以质量浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,得回归方程  $Y = 4\ 151.75X - 15.13$  ( $R^2 = 0.999\ 6$ ),线性范围  $0.04 \sim 0.2\ \text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

**2.1.3 色谱条件** 采用 2010 年版《中国药典》一部“续断”药材含量测定方法<sup>[1]</sup>。Hypersil ODS 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),流动相乙腈-水(30:70),检测波长 212 nm,柱温 35 °C,进样量 10 μL,流速  $1.0\ \text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$ ,见图 1。

次数为考察因素,以川续断皂苷 VI 提取转移率为评价指标,取续断饮片 50 g,共 9 份,采用  $L_9(3^4)$  正交表安排试验,因素水平见表 1,试验安排及结果见表 2,方差分析见表 3。

表 1 续断水提取工艺正交试验因素水平

水平	A 总液-料比	B 总提取时间 /h	C 提取次数 /次
1	15	2	1
2	20	3	2
3	25	4	3

注:提取 2 次时加水量分配比 3:2,时间分配比 1:1;提取 3 次时加水量分配比 2:1:1,时间分配比 2:1:1。

表 2 续断水提取工艺正交试验安排及直观分析

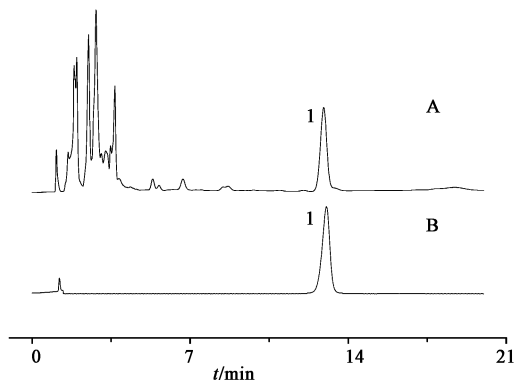
No.	A	B	C	D(空白)	川续断皂苷 VI 转移率/%
1	15	2	1	1	47.63
2	15	3	2	2	70.54
3	15	4	3	3	57.17
4	20	2	2	3	67.07
5	20	3	3	1	83.07
6	20	4	1	2	79.69
7	25	2	3	2	79.97
8	25	3	1	3	75.82
9	25	4	2	1	94.34
$K_1$	58.447	64.890	67.713	75.013	
$K_2$	76.610	76.477	77.317	76.733	
$K_3$	83.377	77.067	73.403	66.687	
R	24.930	12.177	9.604	10.046	

表 3 水提取工艺方差分析

方差来源	SS	F	P
A	997.199	5.757	>0.05
B	282.870	1.633	>0.05
C	139.914	0.808	>0.05
D(误差)	173.227	1.000	

注:  $F_{0.05}(2,2) = 19$ 。

由直观分析可知,各因素对川续断皂苷 VI 转移率的影响顺序为  $A > B > C$ 。方差分析表明各因素作用均无显著性差异,结合生产实际考虑,选择最佳工艺组合  $A_3B_3C_2$ ,即加 15,10 倍量水提取 2 次,每次 2 h。为验证该工艺的准确性,取续断饮片 100 g,共 3 份,按最佳提取工进行验证试验,结果川续断皂苷 VI 平均转移率( $\bar{x} \pm s$ )为  $(94.83 \pm 0.31)\%$ ,说明该工艺稳定可靠。



A. 供试品; B. 对照品; 1. 川续断皂苷 VI

图 1 续断提取液 HPLC

#### 2.2 正交试验设计 选择液料比、提取时间和提取

# 正交试验法优选痔疮熏洗液的水提醇沉工艺

陈朝<sup>1</sup>, 伍小燕<sup>1</sup>, 黄一挚<sup>2\*</sup>, 龚敏阳<sup>1</sup>, 莫小林<sup>1</sup>, 黄权芳<sup>1</sup>

(1. 广西中医药大学第一附属医院药学部, 南宁 530023; 2. 广西卫生职业技术学院, 南宁 530021)

**[摘要]** 目的: 优选痔疮熏洗液的水提醇沉工艺。方法: 以总生物碱含量和干膏率的综合评分为指标, 通过正交试验考察加水量、提取次数、提取时间对水提工艺的影响; 以总生物碱含量为指标, 运用正交试验考察醇沉浓度、放置时间、浓缩液相对密度对醇沉工艺的影响。采用UV测定总生物碱含量, 检测波长416 nm。结果: 最佳水提醇沉工艺为加10倍量水煎煮2次, 每次1.5 h, 提取液浓缩至相对密度1.06 g·mL<sup>-1</sup> (25 °C), 醇沉至乙醇体积分数60%, 放置时间12 h; 总生物碱质量浓度2.040 g·L<sup>-1</sup>。结论: 优选的提取、醇沉工艺稳定可行, 为痔疮熏洗液的规范化生产提供参考。

**[关键词]** 痔疮熏洗液; 酸性染料比色法; 总生物碱; 苦参; 黄柏碱; 氧化苦参碱

**[中图分类号]** R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2014)17-0033-04

**[doi]** 10.13422/j.cnki.syfjx.2014170033

**[网络出版地址]** <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20140715.1323.003.html>

**[网络出版时间]** 2014-07-15 13:23

## Optimization of Water Extraction and Alcohol Precipitation Technology for Hemorrhoid Fumigants by Orthogonal Test

CHEN Chao<sup>1</sup>, WU Xiao-yan<sup>1</sup>, HUANG Yi-zhi<sup>2\*</sup>, GONG Min-yang<sup>1</sup>, MO Xiao-lin<sup>1</sup>, HUANG Quan-fang<sup>1</sup>

(1. Department of Pharmacy, The First Affiliated Hospital of Guangxi University of Chinese Medicine, Nanning 530023, China; 2. Guangxi Medical College, Nanning 530021, China)

**[Abstract]** **Objective:** To optimize water extraction and alcohol precipitation technology of hemorrhoid fumigants. **Method:** With composite score of the content of total alkaloids and dry extract yield as index, effects of the amount of water, extraction times and time on extraction technology was investigated by orthogonal test; with

**[收稿日期]** 20131226(017)

**[基金项目]** 广西壮族自治区中医药管理局项目(GZZJ13-05)

**[第一作者]** 陈朝, 硕士, 主管药师, 从事医院药学与中药制剂研究, Tel:0771-5645433, E-mail:chaochen1980@163.com

**[通讯作者]** \*黄一挚, 讲师, 从事药理学实验教学工作, Tel:0771-2287060, E-mail:yizhi0771@163.com

### 3 讨论

本文采用水回流提取法, 通过正交试验优化提取工艺, 此条件下川续断皂苷 VI 转移率达 94.83%, 说明在该工艺条件下药材中川续断皂苷 VI 基本提取完全。文献[3]中采用乙醇提取川续断皂苷 VI 时收率最高可达 95.8%, 与本文水提工艺相差较小, 但选择水为提取溶剂, 不仅环保, 还可降低生产成本, 优选的工艺简单易行、稳定且提取效率高, 为续断药材资源的充分利用提供参考。

### [参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010:309.
- [2] 牛银波, 潘亚磊, 李晨睿, 等. 续断防治骨质疏松的研究进展[J]. 中国药理学通报, 2013, 29(7):892.
- [3] 董玉琼, 何晓红, 钟国跃. 正交法优选川续断的提取工艺[J]. 中国中药杂志, 2007, 32(11):1107.
- [4] 张显涛. 续断皂苷元的制备工艺、质量标准及其作为 $\alpha$ -糖苷酶抑制剂的活性研究[D]. 长春: 吉林大学, 2011.

[责任编辑 刘德文]